Original document

FLAKY METAL POWDER AND ITS PRODUCTION

Publication number:	JP2197502 (A)
Publication date:	1990-08-06
Inventor(s):	YOKOYAMA AKINORI; NAKAJIMA HITOSHI
Applicant(s):	ASAHI CHEMICAL IND
Classification:	
- international:	C09C1/66; B22F1/00; B22F9/06; C09C1/62; C22C9/01; B22F1/00; B22F9/06; C09C1/62; C22C9/01; (IPC1-7): B22F1/00; C09C1/66; C22C9/01
- European:	
Application number:	JP19890016426 19890127
Priority number (s):	JP19890016426 19890127

Also published as:

- JP7011004 (B)
- JP1981104 (C)

View INPADOC patent family

View list of citing documents

Abstract of **JP 2197502 (A)**

PURPOSE:To obtain powder suitable for use as a metal powder pigment for metallic coating having a novel color and high hiding power by making the ratio of Al to Cu in the surface of extended flaky powder consisting of Cu and Al higher than the prescribed average ratio. CONSTITUTION:Molten Cu and Al are solidified by rapid cooling to obtain powder and this powder is made flaky by extension. The ratio of Al to Cu in the surface of the resulting flaky powder is made higher than the average ratio in the compsn. represented by a formula CuxAl1-x (where x is 0.4-0.995).

Abridged Translation of JP-A-H02-197502
Laid-open date: Aug. 06, 1990

Application Number: H01-16426
(filing date: Jan. 27, 1989)
Applicant: Asahi Chemical Ind.

Title of Invention

Flaky Metal Powder and Its Production

Brief Explanation of Invention

——※——※——※——※——※——※——※——※——

--First and second paragraphs of the right side of the top of p.2--

The average ratio of the composition of flaky metal powder according to the invention is represented by Cu_xAl_{1-x}. This powder exhibits both the high covering capacity and the high degree of brilliance. Moreover, the powder has various colours: bright copper, gold, bright yellow, silver-yellow, etc. by means of changing x among 0.4-0.995. The discoloration does not occur due to the oxidization in the atmosphere. In the case that the powder is applied as metal pigment for metallic coating, x is preferably among 0.4-0.97, more preferably among 0.5-0.97, and most preferably 0.5-0.9.

The inventive metal powder has high electric conductivity and does not deteriorate with time. In the case that the powder is applied as metal powder having electric conductivity, x is preferably among 0.8-0.995, more preferably among 0.90-0.99, and most preferably 0.92-0.98.

⑲日本国特許庁（JP）　⑪特許出願公開

⑫公開特許公報（A）　平2－197502

⑤Int. Cl.⁵	識別記号	庁内整理番号
B 22 F 1/00		L 7511－4K
		A 7511－4K
C 09 C 1/66	PBL	7038－4J
C 22 C 9/01		8015－4K

⑬公開　平成2年(1990)8月6日

審査請求　未請求　請求項の数　4　（全5頁）

⑤④発明の名称　鱗片状金属粉体及びその製法

⑳特　願　平1－16426
㉒出　願　平1(1989)1月27日

⑦②発明者　横山　明典　岡山県倉敷市潮通3丁目13番1　旭化成工業株式会社内
⑦②発明者　中島　斉　岡山県倉敷市潮通3丁目13番1　旭化成工業株式会社内
⑦①出願人　旭化成工業株式会社　大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号
⑦④代理人　弁理士　小松　秀岳　外2名

明細書

1．発明の名称

鱗片状金属粉体及びその製法

2．特許請求の範囲

(1) 平均組成がCu_xAl_{1-x} ($0.4 \leq X \leq 0.995$)で表わされ、かつ、表面のAl組成比（対Cu）が平均のAl組成比（対Cu）より大きいことを特徴とする鱗片状金属粉体。

(2) 平均組成がCu_xAl_{1-x} ($0.4 \leq X \leq 0.97$)で表わされ、かつ、表面のAl組成比（対Cu）が平均のAl組成比（対Cu）より大きいことを特徴とする鱗片状金属粉体顔料。

(3) 平均組成がCu_xAl_{1-x} ($0.8 \leq X \leq 0.995$)で表わされ、かつ、表面のAl組成比（対Cu）が平均のAl組成比（対Cu）より大きいことを特徴とする鱗片状導電性金属粉体。

(4) 銅とアルミニウムの融液を不活性ガス雰囲気中で急冷凝固して粉体とし、ついで、展延して鱗片状にすることを特徴とする請求項(1)ないし(3)の何れかに記載の鱗片状金属粉体の製法。

3．発明の詳細な説明

［産業上の利用分野］

本発明は自動車、電子装置などのメタリック塗装、電磁遮蔽、帯電防止などに用いられる金属粉体およびその製法に関する。

［従来の技術］

アルミニウム粉末は自動車、電気製品などのメタリック塗装、金属色インクなどの顔料として公知である。電磁遮蔽や帯電防止などに用いられる導電性粉体として銅、銀メッキ品の粉末が公知である。（特公昭47－3019号、特開昭60－243277号、特開昭61－163975号参照）

自動車などのメタリック塗装用顔料としてアルミニウム粉末を用いた場合、色はいわゆる銀色に限られており、多様性に欠ける。銅の粉末は酸化されて黒っぽくなりメタリック塗装用顔料には適さない。電磁遮蔽などに用いるいわゆる導電性粉体として用いると、銅粉末は酸化が

容易に進行し、導電率の維持が困難である。アルミニウム粉末の場合、表面に緻密な酸化物層が生成し充分な導電率を示さない。

[発明が解決しようとする課題]

本発明は、メタリック塗装用顔料として色調の選択範囲が広く、かつ、掩蔽力が大きく、かつ、色調の経時変化がない顔料、ならびに、導電性金属粉体として用いた時には、導電率が高く、かつ、長い間変化しない、安定性のよい鱗片状金属粉体およびそれらの製法を提供しようとするものである。

[課題を解決するための手段]

本発明者らは前記課題の解消された金属粉体について鋭意検討した結果、平均組成がCu_xAl_{1-x}（ただし、$0.4 \leq X \leq 0.995$)で表わされ、かつ、表面のＡｌ組成比（対Ｃｕ）が平均のＡｌ組成比より大きいことを特徴とする鱗片状金属粉体を見出し、本発明に到達した。すなわち、本発明は平均組成がCu_xAl_{1-x}（ただし、$0.4 \leq X \leq 0.995$)で表わされ、表面のＡｌ組成比（対Ｃｕ）が平均のＡｌ組成比より大きいことを特徴とする鱗片状金属粉体およびその製法に関する。

本発明の平均組成がCu_xAl_{1-x}（$0.4 \leq X \leq 0.995$)で表わされる鱗片状金属粉体は掩蔽力並びに鮮度が高い上、はXを 0.4～0.995 の間で変えることにより明銅色、金色、明黄色、銀黄色など種々の色が出る上、大気中で酸化による変色が起らない。メタリック塗装用などの金属顔料として用いる場合、Ｘは 0.4～0.97が好ましく、 0.5～0.97が更に好ましく、 0.5～0.9 が一層好ましい。

本発明の平均組成がCu_xAl_{1-x}（$0.4 \leq x \leq 0.995$）で表わされる鱗片状金属粉体は導電性が高い上、その経時劣化がなく優れた導電性金属粉体である。導電性金属粉体として用いる場合のＸは 0.8～0.995 が好ましく、0.90～0.99が更に好ましく、0.92～0.98がもっとも好ましい。

本発明の平均組成がCu_xAl_{1-x}（$0.4 \leq x \leq 0.995$）で表わされる鱗片状金属粉体の表面はアルミニウムに富んでおり、アルミニウムの濃度が表面にむかって次第に増大する領域を有する。表面のＡｌ組成比（対Ｃｕ）は平均のＡｌ組成比の２倍以上、好ましくは４倍以上、更に好ましくは１０倍以上である。上記Ａｌ組成比とはＡｌ／Ｃｕ（原子比）を意味する。

表面組成はＸＰＳ（Ｘ線光電子分光分析装置）を用いアルゴンイオンでエッチングし、ついで、Ｘ線源としてマグネシウムのＫα線を用いて分析する。エッチング、ついで分析操作を５回繰り返し、５回の分析の平均を表面組成とした。アルゴンエッチングは、毎回、アルゴン圧力10^{-7}torr、加速電圧3kev、入射角90度で10分間行なった。平均組成は試料を濃硝酸に溶解し、ＩＣＰ（高周波誘導結合型プラズマ発光分析計）を用いて測定した。

本発明の鱗片状金属粉体の径／厚さ比（平均）は10以上が好ましい。大きさの測定には走査型電子顕微鏡を用い、 100個の粉体の長径の平均を平均径とした。平均厚さも同様にして測定した。

本発明の平均組成がCu_xAl_{1-x}（$0.4 \leq x \leq 0.995$）で表わされる鱗片状金属粉体を製造するには銅とアルミニウムの融液（以下融液という）を急冷凝固し、ついで、展延するのであり、たとえば、好ましくは不活性ガス中で、熱伝導性のよい高速回転体と衝突凝固させ、ついで、展延する方法、あるいは、噴出する融液に不活性ガスの高速気流を衝突急冷凝固させ（ガスアトマイジング法）、ついで、展延する方法等が挙げられる。凝固する際の冷却速度は10^2 ℃／秒以上が好ましく、10^3 ℃／秒以上が更に好ましい。熱伝導性の良い高速回転体とは銅、銅合金、クロム、ステンレス等の金属性で、形状は円柱状、円盤状などであり、回転周速度は衝突位置で平均 1,000ないし10,000m/min が好ましく、 1,000～5,000m/minが更に好ましい。高速回転体に冷却機構を付けても良い。不活性ガスとは本発明の融液と全く、あるいは、きわ

めてゆるやかにしか反応しないガスであり、たとえば、アルゴン、ヘリウム、窒素あるいはそれらの混合物である。

不活性ガスの高速気流を発生させるには、たとえば、高圧の不活性ガスを噴出させ実質的に断熱膨脹させる方法がある。

本発明の鱗片状金属粉体の製法において展延する方法としては、例えば、ボールミル等を用いて機械的に展延する方法が挙げられる。この際、不活性あるいは還元性雰囲気が好ましく、かつ、不活性液体中で行なうのが更に好ましい。不活性液体としてはミネラルスピリット、ソルベントナフサ等の有機溶剤が挙げられる。不活性液体の使用量は1ないし1,000ml/g 粉体が好ましい。展延する際、公知の分散助剤を加えてもよい。

[実施例]

実施例と比較例によって本発明を具体的に説明する。

実施例1

銅粉（純度99.9%以上） 126gとアルミニウム粉（純度99.9%以上） 5gを混合し、アルミナ坩堝中（底にストッパー付きのノズルを有する）アルゴン雰囲気中で高周波誘導加熱法によって溶融した。融液をほぼ常圧のアルゴン雰囲気で高速回転する円盤（直径 200mm、厚さ10mm、銅製、回転速度 7200rpm表面温度20ないし50℃）へ向けて6秒間に噴出した。同時にボンベ入りのアルゴンガス（ボンベ圧 100気圧） 3.3Nm³を6秒間に噴出する融液に向けて放出した。平均径40μmの球状粉体が得られた。第1図にこの球状粉体の電子顕微鏡写真を示した。

この球状粉体40gを振動式ボールミル（吉田製作所製）中で直径15mmのステンレスボール100個、ミネラルスピリット 100mlを用いて展延した。平均径30μm、平均厚さ1μmの鱗片状粉体が得られた。第2図にその電子顕微鏡写真を示した。

ＩＣＰで測定した平均のＡ１組成比（対Ｃｕ）は0.09であった。ＸＰＳを用いた測定結果は、表面より、Ａ１／Ｃｕ（原子比）10，9．8，7．6であり、表面のＡＩ組成比（対Ｃｕ）（前記５個の測定値の平均）は８であった。

得られた鱗片状粉体30gをアクリル系熱可塑性樹脂20gと、エチルセロソルブ5gの液に分散し、ポリエステルフィルムへ塗布し、50℃で乾燥した。塗膜の厚さは35μmであった。4端子法で測定した塗膜の体積抵抗率は 2×10^{-3} Ωcmであった。この塗布したフィルムを80℃、湿度70%の大気中に 400時間放置した。体積抵抗率はほとんど変わらなかった。

実施例2

銅粉（純度99.9%以上） 126gとアルミニウム粉（純度99.9%以上）５gを混合し、アルミナ坩堝中（底にストッパー付きのノズルを有する）、アルゴン雰囲気で、高周波誘導加熱法によって溶融した。融液をほぼ常圧のアルゴン雰囲気へ10秒間に噴出した。同時にボンベ入りアルゴンガス（ボンベ圧 100気圧） 3.8Nm³を噴出する融液に向けて噴出した。平均径10μmの球状粉体が得られた。ついで、実施例1と同様な方法で展延した。平均径30μm、平均厚さ2μmの鱗片状粉体が得られた。

平均のＡ１組成比（対Ｃｕ）は0.09であった。ＸＰＳを用いた測定結果は、表面より、Ａ１／Ｃｕ（原子比）7，6，5，4，3であり、表面のＡ１組成比（対Ｃｕ）（前記5個の測定値の平均）は5であった。得られた鱗片状粉体35gをアクリル系熱可塑性樹脂20gと、エチルセロソルブ5gの液に分散し、ポリエステルフィルムへ塗布し、50℃で乾燥した。塗膜の厚さは40μmであった。4端子法で測定した塗膜の体積抵抗率は 1×10^{-3} Ωcmであった。この塗布したフィルムを80℃、湿度70%の大気中に 400時間放置した。体積抵抗率はほとんど変わらなかった。

実施例3

銅粉（純度99.9%以上）63gとアルミニウム粉（純度99.9%以上）５gを混合し、アルミナ坩堝中（底にストッパー付きのノズルを有す

る）、アルゴン雰囲気で、高周波誘導加熱法によっと溶融した。

融液をほぼ常圧のアルゴン雰囲気中で6000 rpm で回転する円盤（実施例1で用いた円盤と同一材料、形状）の中心より50mmのところ（周速1800m/s）へ8秒間に噴出した。同時にボンベ入りアルゴンガス（ボンベ圧 100気圧） 1.4 Nm^3 を噴出する融液に向けて噴出した。平均径40μmの球状粉体が得られた。ついで、実施例1と同様な方法で展延した。平均径25μm、平均厚さ1μmの鱗片状粉体が得られた。この粉体は黄金色を示していた。平均のＡＩ組成比（対Ｃｕ）は0.19であった。ＸＰＳを用いた測定結果は、表面より、Ａｌ／Ｃｕ（原子比）13, 12, 11, 10, 9 であり、表面のＡｌ組成比（対Ｃｕ）（前記5個の測定値の平均）は11であった。この鱗片状粉体2ｇをジメチルエタノールアミン水溶液（PH,9.2）に浸し、50℃で1時間保った。発生する水素は0.06 NTPmlであった。

実施例4

銅粉（純度99.9%以上）63ｇとアルミニウム粉（純度99.9%以上）27ｇを混合し、アルミナ坩堝中（底にストッパー付きのノズルを有する）、アルゴン雰囲気で高周波誘導加熱法で溶融した。融液をほぼ常圧のアルゴン雰囲気中で7200 rpm で回転する円盤（実施例1で用いた円盤と同一材料、形状）の中心より50mmのところ（周速2200m/s）へ6秒間に噴出した。同時にボンベ入りアルゴンガス（ボンベ圧 100気圧） 2.7 Nm^3 を噴出する融液に向けて噴出した。平均径30μmの球状粉体が得られた。ついで、実施例1と同様な方法で展延した。平均径40μm、平均厚さ 1.5μmの鱗片状粉体が得られた。この粉体は黄金色を示していた。平均のＡＩ組成比（対Ｃｕ）は 1.0であった。ＸＰＳを用いた測定結果は、表面より、Ａｌ／Ｃｕ（原子比）30, 29, 26, 23, 20であり、表面のＡｌ組成比（対Ｃｕ）（前記5個の測定値の平均）は25.6であった。この鱗片状粉体2ｇをジメチルエタノールアミン水溶液（PH,9.2）に浸し、50℃で1時間保った。発生する水素は0.03 NTPmlであった。

比較例1

市販の銅粉（FCC115）10ｇを実施例1と同様にしてポリエステルフィルムに塗布した。塗膜の体積抵抗率は $1\times10^{-3}\Omega$ cmであった。80℃、湿度70%の大気中に 400時間放置後の体積抵抗率は $6\times10^{-3}\Omega$ cmであった。

［発明の効果］

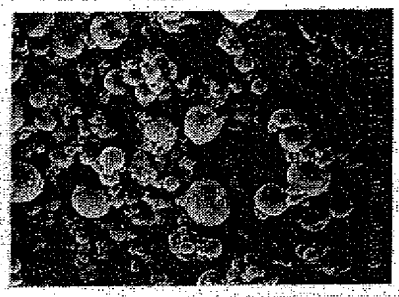
以上説明したように本発明は新規な色を呈し、掩蔽力が大きく、色調の変化のないメタリック塗装用金属粉体顔料、導電性が大きく、経時劣化の少ない導電性金属粉体とて好適な鱗片状金属粉体を提供することができる。

4．図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施例1の金属粉の原料粉の粒子構造を示す電子顕微鏡写真。

第2図は本発明の実施例1の金属粉の粒子構造を示す電子顕微鏡写真である。

第1図



第2図

